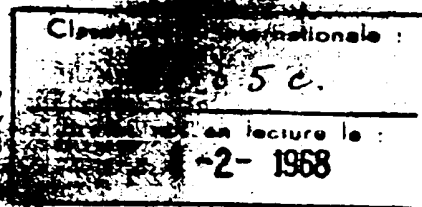


N° 704.257



MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET DE PERFECTIONNEMENT

Le Ministre des Affaires Économiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention, et spéc. ses art. 14 et 15;

Vu le procès-verbal dressé le 6 septembre 1967 à 14 h 50

au Service de la Propriété Industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la sté dite: CONTINENTAL OIL COMPANY,
1000 South Pine Street, Ponca City, Etat d'Oklahoma (Etats-Unis
d'Amérique),

repr. par Mr P. Hanssens à Bruxelles,

un brevet de perfectionnement pour : Procédé et appareil pour enduire des
feuilles en matières solides,

brevetés en sa faveur le 10 mars 1965 sous le n° 660.885,
perfectionnement qu'elle déclare avoir fait l'objet d'un brevet
d'addition déposé en France le 20 avril 1966 et accordé le 11
septembre 1967 sous le n° 90.125.

L'invention a également fait l'objet d'une demande de brevet,
non encore accordée à ce jour, déposée aux Etats-Unis d'Améri-
que le 13 septembre 1965, n° 486.787.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurent joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 31 octobre 1967

MINISTRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

[Signature]

704287

N° 0740
0741
0742
CS
US. 486.787

PREMIER BREVET DE PERFECTIONNEMENT D'IMPORTATION

"Procédé et appareil pour enduire des feuilles
en matières solides"

Société dite : CONTINENTAL OIL COMPANY

Brevet principal d'Importation déposé en Belgique
le : 10 mars 1965 et accordé sous le N° 660.885

PREMIER BREVET DE PERFECTIONNEMENT D'IMPORTATION basé sur le premier certificat d'addition français N° 90.125 déposé le 20 Avril 1966 et accordé le 11 Septembre 1967 au nom de la DEMANDERESSE. Une demande correspondante a été déposée aux Etats-Unis d'Amérique le 13 Septembre 1965 sous le N° 486.787.

La présente invention concerne un procédé et un appareil pour appliquer un enduit sous forme d'une membrane à une surface au moins d'un substrat. Dans des limites plus étroites, la présente invention concerne un procédé et un appareil pour améliorer la continuité, l'aspect et l'uniformité dimensionnelle de minces onduits de matière ~~chaude à l'état fondu~~ lorsque ces matières sont appliquées sous forme liquide à des feuilles de matière solide formant des substrats. Comme exemple de ces matières formant des substrats, on peut citer des boîtes à lait, des boîtes pour aliments congelés, divers papiers kraft, au sulfite et

oristol, des stratifiées de olinquant métallique et de papier, des feuilles de résine synthétique et le contreplaqué.

Lorsqu'on les applique à l'enduisage de certaines matières solides utilisées comme substrat avec des liquides visqueux chauds, comme une cire fondue, des résines synthétiques fondues, et des mélanges de cires avec des résines synthétiques (appelées d'une façon générale masses fondues chaudes) la plupart des processus d'enduisage actuellement utilisés sont caractérisés à divers degrés par un certain nombre d'inconvénients. Parmi ces inconvénients, on peut citer une perte ou une utilisation peu économique de la matière d'enduisage, une diminution de la souplesse du substrat par suite de l'enduisage et l'inaptitude de la technique d'enduisage à appliquer avec succès un enduit continu et lisse qui est exempt de fendillements, de piqures et de boursouflures.

Plusieurs de ces inconvénients ont été particulièrement caractéristiques du procédé dit "d'enduisage en rideau", dans lequel, on fait passer la matière à travers une pellicule ou rideau tombant du milieu d'enduisage de façon que ce dernier atteigne la surface à découvert de la matière et s'y dépose sous forme d'une pellicule mince, relativement uniforme. La matière d'enduisage en excès qui n'est pas déposée sur la matière est rassemblée dans un récipient récepteur approprié et recyclée au point de départ du rideau descendant pour être ré-utilisée. Dans beaucoup de cas, après avoir enduit le substrat, on le refroidit par immersion dans de l'eau froide ou par un autre moyen approprié pour durcir l'enduit et lui conférer

un aspect brillant, et ensuite on le sèche.

Dans le brevet principal, la demanderesse a décrit un procédé et un appareil que l'on peut utiliser pour améliorer l'enduit formé sur un substrat solide en appliquant une composition chaude fondue au substrat. L'amélioration obtenue réside principalement dans la diminution de la quantité de la composition d'enduisage nécessaire pour obtenir l'enduit uniforme voulu exempt de défauts et dans l'élimination des défauts comme des piqures, des bulles, des boursouflures, de l'enduit. Le procédé décrit dans le brevet principal est applicable en particulier à des enduits appliqués par le processus d'enduisage en rideau et comprend d'une façon générale un chauffage initial de la matière du substrat à enduire à une température suffisante pour permettre de déposer sur la matière une couche uniforme et lisse de la composition d'enduisage voulue, puis l'application de la composition d'enduisage liquide à un état exempt de gaz d'un côté au moins de la matière.

La demanderesse a découvert maintenant d'une façon surprenante, que contrairement à sa supposition précédente, il est inutile de chauffer préalablement de nombreux types de substrats solides avant d'y appliquer les compositions d'enduisage visqueuses préférées, comprenant une cire et une résine synthétique, afin d'obtenir des enduits satisfaisants relativement exempts de défauts. Bien qu'un chauffage préliminaire du substrat soit encore en un stade

avantageux et généralement souhaitable du procédé dans le cas de la plupart des types de matières formant les substrats, la demanderesse a trouvé que dans le cas de nombreux types de matières, l'enduit obtenu est presque aussi

bon sans stade de chauffage préalable que lorsque le substrat est initialement préparé par un chauffage préliminaire, comme décrit dans le brevet principal.

Dans le cas de quelques matières de substrat thermosensibles, très peu ou pas de chauffage préalable peut être admis. Par contre, suivant l'expérience de la demanderesse, des matières denses relativement non poreuses comme un carton cylindrique formant une boîte à lait et des matières analogues nécessitent un chauffage préalable pour permettre d'y déposer un enduit uniforme et exempt de défauts.

Le fait de pouvoir supprimer le stade de préchauffage du procédé décrit dans le brevet principal dans beaucoup de cas sans pour cela produire d'enduit de qualité inférieure ou inacceptable, comme l'a déterminé la demanderesse, permet d'atteindre un but important de l'invention, c'est-à-dire une diminution supplémentaire du prix de l'application d'un enduit lisse, uniforme et exempt de défauts, à divers types de substrats.

La présente invention se propose en outre :

- d'améliorer d'une façon générale les enduits qui peuvent être appliqués à diverses matières de substrat lorsque celles-ci passent à travers un rideau tombant de la composition d'enduisage ;

- de fournir un procédé et un appareil pour appliquer une pellicule lisse et uniforme d'une composition d'enduisage visqueuse contenant une fibre renforcée par une résine thermoplastique à l'un ou l'autre côté ou aux deux côtés d'une feuille de matière fibreuse ;

- d'améliorer l'aspect des enduits contenant une

cire et une résine sur des matières fibreuses planes en améliorant la continuité et l'uniformité dimensionnelle de ces enduits ;

- d'améliorer la souplesse d'une matière fibreuse qui a été enduite avec une composition d'enduisage chaude contenant une cire ou un copolymère d'une cire et qui a été soumise à un milieu de séchage pendant le durcissement ultérieur de l'enduit ;

- d'améliorer la vitesse à laquelle on peut enduire un papier plat avec des compositions d'enduisage ayant une viscosité et des compositions chimiques très diverses ;

- d'améliorer l'adhérence continue des compositions d'enduisage à des matières fibreuses auxquelles elles sont appliquées.

On atteint les buts indiqués, ainsi que d'autres de la présente invention, en utilisant un procédé d'enduisage qui consiste d'une façon générale à enlever sensiblement tout air ou autre gaz entraîné et non dissous d'une composition sous forme d'une masse fondue chaude qui doit être appliquée à un substrat solide sous forme d'un enduit mince, puis à appliquer la composition sous forme d'une masse fondue chaude à l'état sensiblement exempt de gaz d'un côté de la matière. On applique l'enduit au substrat sous forme d'une mince pellicule déposée d'une façon sensiblement parallèle à la surface à enduire et sensiblement en contact continu avec elle. Dans le cas de la plupart des matières, la matière est de préférence préalablement chauffée avant l'application de la composition sous forme d'une masse fondue chaude sensiblement exempte de gaz, mais avec des nombreux types de matières, on peut obtenir un enduit

satisfaisant pour pratiquement toute application sans un tel chauffage préalable. Pour des raisons qui ne sont pas entièrement comprises, si un tel chauffage préalable n'est pas effectué, il est difficile dans le cas de nombreux papiers épais d'appliquer des enduits uniformes des deux côtés de cette matière en utilisant des mélanges d'une cire ou paraffine dérivant du pétrole et de copolymères résineux synthétiques.

Le traitement de préchauffage préféré des divers substrats varie quant à son utilité et quant au degré auquel il améliore les enduits appliqués aux matières. Dans le cas de certaines matières, il est souhaitable non seulement de chauffer préalablement la matière avant l'application d'un premier enduit, mais il est encore très souhaitable de chauffer préalablement la matière avant le dépôt du second enduit sur le côté opposé de la matière par rapport à celui qui présente le premier enduit. Avec des matières de ce type, le second chauffage permet d'obtenir une bien meilleure adhérence et une épaisseur plus uniforme de l'enduit qui est appliqué au second côté de la matière. Dans le cas d'autres types de matières, en particulier des matières relativement épaisses, un seul chauffage préalable avant l'application du premier enduit suffit si l'on applique le second enduit immédiatement après l'application du premier enduit.

Le dégazage de la composition d'enduisage avant son application à un substrat est considéré comme étant une particularité importante de l'invention, étant donné que le gaz emprisonné réduit d'une façon importante l'épaisseur de l'enduit à l'endroit des bulles de gaz et provoque la

NOV 27

- 7 -

formation de piqures dans l'enduit. Une condition importante de la plupart des enduits est la protection de la matière de substrat ou des produits emballés que le produit enduit enveloppe. Dans beaucoup de cas, l'enduit protecteur doit constituer un barrage efficace au transport des gaz. Lorsque des bulles se trouvent dans l'enduit, elles réduisent son épaisseur et les propriétés de barrage empêchant le passage de la vapeur d'un enduit sont directement fonction de l'épaisseur de l'enduit. Par conséquent, l'entraînement d'un gaz qui se traduit par la formation de bulles, de creux ou de piqures est nuisible pour les propriétés de barrage empêchant le passage de la vapeur de l'enduit. L'entraînement du gaz pose en particulier un problème important lorsqu'on utilise des compositions d'enduisage très visqueuses comme des mélanges d'une cire paraffinique et/ou microcristalline avec des résines synthétiques compatibles. Sensiblement la totalité du gaz entraîné non dissous est enlevé de la composition d'enduisage par le processus de rectification sous vide par centrifugation utilisé de préférence dans la présente invention et décrit ci-après. La demanderesse a trouvé qu'on peut déposer des enduits beaucoup plus minces et plus exempts de défauts de compositions très visqueuses en utilisant ce processus que ceux qui peuvent être obtenus lorsqu'on effectue un dégazage moins efficace ou nul de la composition avant de l'appliquer au substrat. Ainsi, le dégazage efficace selon la présente invention permet de réaliser une économie importante des frais de matière en raison des enduits plus minces qui peuvent être obtenus d'une façon satisfaisante. En outre, lorsqu'on doit appliquer des compositions d'enduisage

très visqueuses à des températures sensiblement basses en raison de la nature thermo-sensible du substrat, le dégazage tel qu'il est effectué dans la présente invention permet d'utiliser ces compositions visqueuses pour certaines applications d'enduisage dans lesquelles il n'a pas été possible de les utiliser jusqu'ici.

Avec de nombreux types de matières fibreuses, un préchauffage des matières a l'inconvénient de réduire la souplesse de la matière par suite de la déshydratation ou d'une diminution importante de sa teneur en humidité. Même sans avoir recours au préchauffage, le fait de mettre la matière au contact de la composition d'enduisage chaude a tendance à enlever l'humidité de la matière. Ainsi, en général, plus la température à laquelle la matière est préalablement chauffée est élevée, plus le problème posé par la diminution de l'humidité est important et plus la diminution de la souplesse de la matière est prononcée. Dans un cas quelconque dans lequel la souplesse de la matière enduite constitue une caractéristique importante, il est par conséquent préférable de supprimer le chauffage préalable, si l'on peut obtenir des enduits satisfaisants sans un tel pré-chauffage. Par contre, lorsqu'un pré-chauffage est très souhaitable ou nécessaire. La présente invention envisage d'humidifier l'atmosphère dans laquelle la matière est initialement pré-chauffée afin d'empêcher une diminution ultérieure de la teneur en humidité et une réduction de la souplesse.

L'appareil avec lequel on met en oeuvre une forme de réalisation de la présente invention comprend un dispositif d'enduisage en ridon qui peut être d'un type classi-

que et qui fonctionne pour fournir une pellicule ou un rideau refoulé vers le bas ou tombant de la composition d'enduisage ; un transporteur ou un moyen pour déplacer la matière à travers le rideau tombant de la composition d'enduisage ; une conduite pour rassembler et recycler vers le dispositif d'enduisage en rideau la composition d'enduisage en excès qui n'est pas déposée sur la matière à enduire, ainsi que toute composition d'enduisage d'appoint ou ajoutée après-coup qui peut être ajoutée dans l'installation, et un moyen associé à la conduite pour enlever les gaz non dissous et entraînés de la composition d'enduisage au cours de son recyclage vers le dispositif d'enduisage en rideau. Une particularité importante d'une forme de réalisation préférée de l'appareil utilisé pour la mise en oeuvre de l'invention est le type particulier d'appareil ou de dispositif qui est utilisé de préférence pour enlever ou extraire les gaz entraînés non dissous de la composition d'enduisage. L'appareil de dégazage comprend un moyen pour étaler la composition d'enduisage sous forme d'une mince pellicule tout en l'agitant, et un moyen pour appliquer à la mince pellicule agitée une pression inférieure à la pression atmosphérique ou un vide de façon à enlever tout gaz entraîné non dissous que peut contenir la composition.

Il est encore souhaitable d'incorporer dans l'appareil utilisé pour la mise en oeuvre de l'invention un moyen d'humidification pour ajouter une quantité suffisante d'humidité à la matière à enduire afin d'empêcher une déshydratation excessive de la matière et d'éviter de rendre les fibres fragiles au cas où la matière est pré-chauffée avant l'application de l'enduit. Un autre élément avantageux qui

est prévu de préférence dans l'appareil est un moyen de chauffage supplémentaire pour réchauffer ou chauffer davantage la matière avant l'application de la composition d'enduisage à son second côté. L'installation comprend également l'équipement auxiliaire habituel et classique qui est utilisé en association avec les machines d'enduisage en rideau existantes pour faire mûrir les enduits appliqués à la matière, comme un bain d'eau, une chute d'eau, de l'air froid ou une surface froide pour refroidir la matière enduite, et un dispositif approprié pour enlever l'eau en excès de ces surfaces au cas où la matière enduite est mise en contact avec l'eau à des fins de refroidissement. D'autres avantages et caractéristiques de l'invention ressortiront de la description qui va suivre faite en regard du dessin annexé sur lequel :

La figure 1 est un schéma de circulation qui montre le trajet de la matière à enduire à travers l'appareil utilisé pour la mise en oeuvre de l'invention ainsi que le trajet d'écoulement de la composition d'enduisage qui est utilisée pour la mise en oeuvre de l'invention ;

La figure 2 est une coupe assez schématique d'un appareil de dégazage d'un type préféré utilisé dans la mise en oeuvre du procédé de l'invention.

Au début du procédé de l'invention, la matière à enduire peut être habituellement soumise facultativement à un préchauffage par un dispositif de chauffage approprié 10. Ce dernier peut être une chambre à température constante à courant d'air forcé qui est suffisamment grande pour contenir des matières de dimension quelconque qu'il peut être souhaitable d'enduire, mais il n'est pas limité

à une telle étuve. On peut également utiliser des rouleaux chauffés ou des éléments de chauffage à rayons infra-rouges. La durée pendant laquelle la matière est de préférence chauffée, et la température à laquelle elle est chauffée, dépendent du type ou de la composition de la matière à enduire, de la composition d'enduisage particulière qui doit y être appliquée, et dans une certaine mesure de l'épaisseur de la matière.

Dans le cas de l'enduisage de substrats qui sont en matière fibreuse, comme du papier "kraft", au sulfite et du papier cristal, des cartons, etc., la technique de pré-chauffage, lorsqu'on l'utilise, avec l'application de la composition d'enduisage chaude et le séchage ultérieur de la matière enduite, ont tous tendance à réduire sévèrement la teneur en humidité de la matière fibreuse, en provoquant une diminution de sa souplesse et en la rendant assez fragile. Par conséquent, il est souhaitable de ne chauffer préalablement la matière que lorsque cela est nécessaire pour obtenir un enduit fini ayant la qualité et la minceur voulues. Il s'est avéré que d'une façon générale la souplesse de la matière est affectée d'une façon plus nuisible par des températures élevées que par une augmentation de la durée de la période de chauffage. Pour éviter ces pertes d'humidité, la présente invention propose de prévoir conjointement au dispositif de chauffage 10 prévu pour pré-chauffer initialement la matière, un dispositif d'humidification approprié 12 qui, sous sa forme la plus simple, peut consister simplement en un récipient d'eau qui est placé dans une étuve. Pendant le chauffage de la matière, l'humidité ou la vapeur d'eau fournie par le dispositif d'humidifi-

fication 12 a tendance à compenser la quantité d'humidité de la matière qui autrement serait perdue par le chauffage simultané ou ultérieur.

A partir du dispositif de chauffage 10, la matière est transportée par le transporteur 14 qui est représenté schématiquement sur le dessin sous une rangée d'éléments de chauffage à rayons infra-rouges 15 vers un dispositif d'enduisage en rideau d'un type classique, comme un enduiseur en rideau de Steinemann, représenté par le numéro de référence 16. La rangée des éléments de chauffage aux rayons infra-rouges 15 est disposée d'une façon appropriée au-dessous du transporteur 14 et peut être utilisée pour un chauffage supplémentaire ou complémentaire de certains types de matières de la façon décrite ci-après.

Le dispositif d'enduisage en rideau 16, comme précédemment décrit, fournit un rideau descendant de la composition d'enduisage qui se déplace dans un plan vertical s'étendant d'une façon sensiblement perpendiculaire au plan dans lequel la matière à enduire se déplace. Le rideau de matière d'enduisage a habituellement une plus grande largeur dans le sens transversal que la matière qui doit passer à travers lui, de sorte qu'une partie de la composition d'enduisage passe à côté de la matière et tombe dans un récepteur collecteur ou récepteur (non représenté). Dans une forme de réalisation préférée de l'invention, la composition d'enduisage en excès qui est rassemblée dans le

récepteur récepteur s'écoule par pesantour dans un réservoir intermédiaire 17. Le niveau du liquide de la composition d'enduisage contenue dans le réservoir intermédiaire 17 peut être réglé par un dispositif approprié de réglage

du niveau du liquide, qui peut comprendre une vanne de commande 18. La vanne de commande 18 est disposée dans une conduite 19 qui sert à transporter la composition d'enduisage du réservoir intermédiaire à un dispositif de dégazage 20.

Le dispositif de dégazage 20 peut être d'un type approprié quelconque d'appareil de dégazage d'un liquide, mais de préférence il s'agit d'un ensemble centrifuge à vide comme celui vendu sous la marque déposée "Versator" par la "Cornell Machine Company Inc.", de Springfield, New Jersey. La construction et le fonctionnement de l'appareil centrifuge à vide "Versator" sont bien connus des spécialistes, mais il a été représenté d'une façon assez schématique sur la figure 2, afin de permettre de mieux comprendre la façon dont le dégazage est effectué de préférence dans la mise en oeuvre de la présente invention.

Le dispositif de dégazage 20 comme représenté sur la figure 2 comprend un réservoir ou chambre formé 21 qui est relié par une conduite 22 à un ensemble à vide 23. L'ensemble à vide 23 applique ainsi un vide à la chambre 21 pour y réduire la pression bien au-dessous de la pression atmosphérique. La conduite 19 pénètre dans la chambre 21 et se termine au centre de cette dernière sous forme d'un anneau ou anse diffuseur évasé 24 qui répartit la composition d'enduisage sur une grande surface au-dessous de l'anneau diffuseur. Un arbre rotatif commandé 25 pénètre dans la chambre 21 et s'étend à travers un palier approprié situé dans la paroi de la chambre 21 et porte à son extrémité située à l'intérieur de la chambre une cuvette centrifuge 26. Cette dernière présente un fond de forme concave

qui est recourbé sur lui même le long de ses bords périphériques externes pour former un couvercle et un fond solidaires pour la cuvette. A mesure que la composition d'enduisage chaude est étalée vers l'extérieur à partir de l'anneau diffuseur 24, elle est déposée sur le fond de la cuvette centrifuge 26 qui est mise en rotation à grande vitesse par l'arbre 25. La composition d'enduisage est ainsi étalée sous forme d'une mince pellicule agitée qui est soumise au vide engendré dans le réservoir 21. A mesure que la composition est déplacée vers l'extérieur sur la cuvette centrifuge 26 par la force centrifuge, elle s'accumule dans l'angle formé par la partie rabattue formant le couvercle de la cuvette centrifuge. L'accumulation de la composition d'enduisage dans cet angle permet de l'enlever du dispositif de dégazage 20 sous l'action de la force centrifuge.

Ainsi, on faisant passer une conduite 27 à travers la paroi de la chambre 21 et dans l'angle de la périphérie externe de la cuvette centrifuge 26, la composition d'enduisage accumulée est évacuée sous l'influence de la force centrifuge dans le réservoir principal 28 réservé à la masse fondue chaude. Il s'agit simplement d'un réservoir chauffé pour la composition d'enduisage, qui sert à maintenir la composition à la température voulue avant de la recycler dans les dispositifs d'enduisage en rideau. La fourniture de la composition d'enduisage chaude du réservoir 28 aux dispositifs d'enduisage est effectuée au moyen de pompes 29.

Attendu qu'il est très souvent souhaitable d'enduire le second côté de la feuille de matière fibreuse avec la

composition d'enduisage, de même que son premier côté, on peut prévoir un second dispositif 30 d'enduisage en rideau et on peut le mettre en communication avec le premier dispositif d'enduisage 16 au moyen d'un transporteur 32. Dans certains cas, il est souhaitable de prévoir un chauffage supplémentaire de la matière après que le premier enduit lui ait été appliqué et avant l'application du second enduit. Dans ce but, une seconde rangée d'éléments de chauffage à rayons infra-rouges 31 est intercalée entre le premier dispositif 16 d'enduisage en rideau et le second dispositif d'enduisage 30 en rideau. On peut également utiliser une source appropriée pour fournir le chauffage supplémentaire nécessaire. Etant donné qu'il est évidemment nécessaire de retourner la matière sur le transporteur 32 avant qu'elle passe sous la seconde rangée 31 d'éléments de chauffage à rayons infra-rouges et avant qu'elle n'entre dans le second dispositif 30 d'enduisage en rideau, on prévoit un moyen approprié (non représenté) pour retourner la matière et pour effectuer ce retournement. Bien qu'on puisse l'effectuer manuellement, on peut utiliser un moyen mécanique approprié d'un type quelconque pour effectuer le retournement de la matière.

Dans le second dispositif 30 d'enduisage en rideau, la matière passe de nouveau à travers une pellicule ou rideau tombant de la composition d'enduisage et ~~reçoit sur son second côté une mine couche ou enduit uni-~~ forme d'une matière d'enduisage exempte de gaz. A partir du second dispositif 30 d'enduisage en rideau, la matière qui est maintenant enduite des deux côtés peut passer à travers un dispositif de refroidissement 36 pour refroidir la

matière et pour fixer ou durcir la composition d'enduisage. Si le dispositif de refroidissement est un bain d'eau, la matière passe à travers un dispositif de séchage approprié 38.

Les stades utilisés dans le procédé de la présente invention ont été décrits d'une façon générale étant donné qu'il n'est pas possible de fixer des limites précises quant à la mesure dans laquelle les matières peuvent être préalablement chauffées et quant à la quantité d'humidité qui est avantageusement fournie à la matière par l'utilisation du dispositif d'humidification 12, lorsqu'on utilise un pré-chauffage dans le procédé de l'invention. Il faut tenir compte d'un certain nombre de variables pour déterminer la meilleure température de préchauffage à utiliser dans un cas donné quelconque, et ces variables déterminent si un chauffage doit être utilisé ou non dans le cas de chaque matière. Par exemple, l'affinité d'une matière particulière pour la composition d'enduisage qui doit être utilisée, les dimensions géométriques de la matière à enduire, la viscosité et la composition chimique de l'enduit qui peut être utilisé, la porosité et la densité de la matière ou substrat utilisé et l'application finale qui est envisagée pour la matière enduite, constituent des variables dont il faut tenir compte pour déterminer si un préchauffage de la matière est nécessaire ou non, et si on effectue un préchauffage la température à laquelle le préchauffage est effectué. Il peut être établi d'une façon générale, lorsqu'un préchauffage est utilisé dans le but d'empêcher l'accumulation des gaz dans la feuille de substrat ou sur sa surface de façon à éviter la formation de

bulles, de piqûres et de boursouflures dans l'enduit, que le degré de pré-chauffage est tel que ces gaz ou bien se dilatent dans une plus grande mesure que lorsque l'enduit sous forme d'une masse fondue chaude est appliqué, ou au moins dans une mesure telle que s'il se produit une dilatation supplémentaire du gaz entraîné, cette dilatation ne fait pas éclater ou n'affecte pas autrement d'une façon importante les caractéristiques d'uniformité de l'enduit.

Lorsqu'on utilise un préchauffage pour améliorer la liaison entre le substrat et l'enduit, le degré de pré-chauffage est tel que la chaleur de la surface de la matière à enduire est suffisante pour contraindre l'enduit à rester fluide plus longtemps et favoriser ainsi un mouillage plus rapide et plus important du substrat à un degré nécessaire pour satisfaire aux conditions de l'application finale envisagée pour la matière enduite.

Dans certains cas, il est souhaitable de chauffer préalablement la matière avant de déposer la composition d'enduisage sur chacun de ses côtés à une température qui s'approche ou même dépasse la température de la composition d'enduisage chaude à y appliquer. Dans le cas de nombreux types de matières fibreuses plus épaisses, ces matières peuvent être fréquemment munies d'enduits uniformes et lisses sans qu'il soit nécessaire de chauffer préalablement l'enduit entre l'application d'un enduit à son premier côté et l'application de la composition d'enduisage à son côté

opposé. Il semble que dans le cas des matières plus minces ou moins volumineuses, la chaleur d'un chauffage quelconque de la matière qui est effectué avant l'application du premier enduit peut être plus facilement perdue par rayonnement

et conduction que dans le cas des matières plus épaisses et plus volumineuses, de sorte qu'en règle générale un chauffage supplémentaire au cours de la période intermédiaire entre l'application des premier et second enduits est plus souhaitable dans le cas des matières plus minces que dans le cas des matières volumineuses ou plus épaisses.

Dans le cas de certaines matières, l'utilisation d'une étuve à température constante, conjointement à un chauffage par rayons infra-rouges, fournit le meilleur mode de préchauffage de la matière. Dans ce cas, qui concerne habituellement les matières plus minces ou moins volumineuses, il semble que le chauffage au moyen d'une étuve seulement ne fournit pas la chaleur nécessaire à la surface de la matière, de sorte qu'on n'obtient pas une bonne adhérence et une bonne continuité dans les enduits appliqués à la matière.

L'application de la présente invention pour fournir de meilleurs enduits sur différents types de matières formant des substrats est illustrée par les exemples suivants. Bien qu'on puisse utiliser d'autres compositions sous forme de masses fondues chaudes, la composition d'enduisage utilisée est un mélange d'une cire paraffinique et/ou d'une cire microcristalline avec un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle. Le copolymère contient en général de 10 à 40 % en poids d'acétate de vinyle, et on peut commodément le préparer en copolymérisant un mélange d'éthylène et d'acétate de vinyle en présence d'un catalyseur générateur de radicaux libres, par exemple l'hydroperoxyde de butyle tertiaire, dans un réacteur approprié sous une pression comprise entre 1.050 et 2.100 kg/cm² et à une température

comprise entre 150 et 250°C environ. L'indice à l'état fondu des copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle qui sont utiles dans les mélanges de cires paraffiniques utilisés pour enduire certaines matières fibreuses formant des substrats est compris entre 1 et 500 environ, de préférence entre 3 et 300 environ. Ces indices à l'état fondu sont déterminés par la méthode d'essai ASTM D-1238-57T, et sont exprimés en grammes du copolymère qui peuvent être pressés à travers un orifice normal en 10 minutes à 190°C au moyen d'un piston pesant 2160 grammes. Des compositions de copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle et de cire qui peuvent être utilisées dans la mise en oeuvre de la présente invention sont typiquement celles qui contiennent de 80 à 30 parties de cire et de façon correspondante de 20 à 70 parties environ du copolymère.

En général, on peut utiliser une composition quelconque sous forme d'une masse fondue chaude dans la mise en oeuvre de l'invention, pour autant que lorsqu'on utilise une machine d'enduisage en rideau pour former un rideau tombant, les caractéristiques d'écoulement fluide de la composition permettent de la pomper à travers la tête d'enduisage à un débit suffisant pour maintenir le rideau. On doit souligner que le stade de dégazage du procédé est très efficace et a une importance primordiale pour l'application de bons enduits dans le cas de compositions d'enduisage

sous forme d'une masse fondue chaude qui présente une viscosité d'au moins 300 cps à des températures d'au moins 149°C. Certaines compositions ne peuvent pas être utilisées pour les processus d'enduisage en rideau à moins d'effectuer un dégazage rigoureux du type décrit par la présente

invention.

Il est bien entendu que l'expression "composition sous forme d'une masse chaude" utilisée dans la présente demande est définie de la façon couramment admise comme comprenant un mélange de cires dérivant du pétrole avec des agents de modification compatibles avec la cire dans lequel le pourcentage pondéral de l'agent de modification présent est supérieur à 10 %. D'autres exemples de compositions sous forme de masses chaudes sont des mélanges de cire microcristalline et/ou paraffinique avec les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'éthyle, avec des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'isobutyle, avec le polyéthylène, avec le polyisobutylène, avec l'éthylcellulose et avec les copolymères de butadiène et de styrène.

Les exemples suivants sont donnés à titre illustratif mais non limitatif de l'invention.

Exemple 1

Une matière pour boîte à lait d'une contenance de 1,39 litre, découpée à partir d'un carton cylindrique et ayant une épaisseur de 0,55 mm constitue la matière utilisée. La composition d'enduisage utilisée est un mélange d'une cire et d'un copolymère comprenant :

50 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle contenant de 30 à 35 % en poids d'acétate de vinyle et présentant un indice à l'état fondu compris entre 20 et 30 environ,

35 % en poids de cire paraffinique (point de fusion de 52 à 54°C),

30 % en poids de cire microcristalline,

5 % en poids de polyéthylène à bas poids molécul-

laire,

25 parties par million d'un inhibiteur d'oxydation.

On place la matière ou carton dans une étuve maintenue à une température constante de 177°C pendant deux minutes avant l'enduisage du premier côté dans un appareil d'enduisage en rideau de Steinemann. Après la durée de séjour indiquée dans l'étuve à température constante, la matière est déplacée à travers le dispositif d'enduisage en rideau sur un transporteur approprié et le premier côté est enduit avec la composition d'enduisage indiquée, dégrazée de la façon décrite plus haut. La matière est ensuite enduite sur son second côté ou côté opposé sans appliquer de chaleur supplémentaire avant le second enduisage. La matière est ensuite refroidie en la plongeant dans de l'eau froide. La matière présente des enduits continus exempts de piqûres des deux côtés avec un enduit brillant et agréable sur le second côté.

Au cours d'un autre essai, dans lequel on met le chauffage préalable du carton à lait, on obtient un enduit du premier côté d'une qualité acceptable. Toutefois, lors de l'application de la composition d'enduisage sur le second côté, on obtient des enduits qui sont pleins de piqûres, de creux et autres défauts. Ces défauts rendent les cartons ou boîtes inutilisables comme récipients à liquide.

Exemple 2

~~On utilise un carton pour boîte à lait d'une contenance de 0,95 litre à partir d'un carton cylindrique. Cette~~
matière a une épaisseur de 0,4625 mm. La composition d'enduisage est le même mélange de cire et de copolymère que

704297

celui utilisé dans l'exemple 1. On place la matière dans une étuve maintenue à une température constante de 215°C pendant 45 secondes. Après la sortie de l'étuve, la matière passe sous une rangée d'éléments de chauffage à rayons infra-rouges disposés à 10 cm au-dessus de la matière, ce qui donne une durée de séjour sous la rangée d'une demi-seconde environ. On applique alors la composition d'enduisage au premier côté de la matière.

Après l'enduisage du premier côté de la matière, on fait passer de nouveau la matière sous une rangée d'éléments de chauffage à rayons infra-rouges disposés à 10 cm au-dessus de la seconde surface non enduite de la matière, avec une durée de séjour sous la rangée d'une demi-seconde environ. On enduit alors le second côté de la matière et on refroidit la matière en la plongeant dans de l'eau froide. Les enduits sur les deux côtés de la matière sont continus et exempts de piqûres. On obtient un enduit agréable et brillant sur le second côté de la matière.

Dans les deux exemples 1 et 2, on a utilisé un ensemble centrifuge à vide du type "Versator" décrit ci-dessus pour enlever le gaz entraîné de la composition d'enduisage. Le vide engendré dans l'ensemble de dégazage est généralement suffisant pour aspirer la matière d'enduisage dans le dispositif et la force centrifuge créée dans le dispositif est suffisante pour évacuer la matière dégazée dans le réservoir 28 réservé à la masse fondue chaude représenté sur le dessin. L'ensemble a été utilisé avec succès pour dégazer des mélanges d'une cire paraffinique et d'une cire micro-cristalline avec le copolymère décrit ci-dessus.

Bien que les enduits qui ont été déposés sur les

deux côtés de la matière, comme décrit dans les exemples 1 et 2, soit très uniformes et exempts de défauts, la matière terminée présente une certaine diminution de sa souplesse due à une diminution de sa teneur en humidité par suite du préchauffage. Afin de compenser la diminution de la teneur en humidité, on effectue des essais supplémentaires au cours desquels l'atmosphère contenue dans l'étuve maintenue à une température constante utilisée pour préchauffer la matière est humidifiée et le chauffage préalable est effectué à une température inférieure à celle utilisée lorsqu'une humidification n'est pas prévue. Les exemples 3 et 4 illustrent la mise en oeuvre du procédé de la présente invention dans lequel la matière est soumise à une atmosphère humide pendant le stade de préchauffage.

Exemple 3

La matière utilisée dans cet essai est un carton pour boîte à lait d'une contenance de 1,89 litre, découpé à partir d'un carton cylindrique. L'épaisseur de la matière est de 0,55 mm environ. On applique la matière d'enduisage en utilisant un dispositif d'enduisage en rideau de Steinmans, et elle consiste en un mélange d'une cire et d'un copolymère identique à celui utilisé dans les exemples 1 et 2.

On place la matière dans une étuve à température constante à courant d'air forcé maintenue à une température de 160°C. L'air de l'étuve est humidifié en plaçant un bac d'eau dans l'étuve. On laisse la température de l'eau atteindre un état d'équilibre apparent. La matière reste dans l'étuve pendant deux minutes. On enduit ensuite les deux côtés de la matière sans la réchauffer après l'appli-

onction de l'enduit à son premier côté. Après l'application des enduits, on refroidit la matière en la plongeant rapidement dans de l'eau froide, puis on la sèche. Les enduits sur la matière sont continus, exempts de piqûres et ont un aspect brillant et agréable. Lorsqu'on plie la matière à la fois le long des lignes de pliage et sur le corps de la matière, elle présente une souplesse meilleure et plus acceptable que les matières qui ont été préalablement chauffées dans de l'air non humidifié. Le carton a moins tendance à se craqueler et les fibres de la surface de la matière ont moins tendance à se déchirer.

Exemple 4

La matière utilisée dans cet exemple est un carton pour boîte à lait de 0,95 l, découpé à partir d'un carton cylindrique. L'épaisseur de la matière est de 0,4625 mm. La matière d'enduisage utilisée est le même mélange d'une cire et d'un copolymère que celui utilisé dans les exemples 1, 2 et 3. On chauffe préalablement les cartons dans une étuve maintenue à une température constante de 177°C pendant 45 secondes. On humidifie l'air de l'étuve en plaçant un bac d'eau dans l'étuve comme dans l'exemple 3. Après avoir enduit le premier côté de la matière, on expose le second côté à une rangée de réchauffeurs à rayons infra-rouges pendant deux secondes avant d'enduire le second côté. Après l'enduisage du second côté, on refroidit la matière en la plongeant dans de l'eau froide, puis on la sèche. Les enduits sont continus et exempts de piqûres et le second côté présente un enduit agréable et brillant. Lorsqu'on plie cette matière à la fois le long des lignes de pliage et à travers son corps, elle présente également une meil-

leure souplesse que les matières préalablement chauffées dans de l'air non humidifié. La matière a moins tendance à se craqueler et ses fibres superficielles ont moins tendance à se déchirer.

Exemple 5

La matière utilisée dans cet exemple est un carton pour boîte à lait de 0,95 l, découpé à partir d'un carton cylindrique. L'épaisseur de la matière est de 0,4625 mm. La matière d'enduisage utilisée comprend le même mélange d'une cire et d'un copolymère que celui utilisé dans les exemples 1, 2, 3 et 4. Avant le chauffage préalable, on enduit légèrement la matière avec un humectant qui est le diéthylène glycol qui a été chauffé à 93°C environ pour garantir la pénétration. On soumet ensuite les boîtes à un stade de préchauffage comme décrit dans l'exemple 3, mais sans humidification. On enduit ensuite les deux côtés de la matière sans rechauffer la matière après l'application de l'enduit au premier côté. Après l'application de l'enduit, on refroidit la matière en la plongeant rapidement dans de l'eau froide, puis on la sèche. Les enduits de la matière sont continus, exempts de piqûres et présentent un aspect brillant et agréable. Lorsqu'on plie la matière à la fois le long des lignes de pliage et à travers son corps, elle présente une souplesse comparable à celle d'une matière préalablement chauffée dans de l'air humidifié. La matière a moins tendance à se craqueler et ses fibres superficielles ont moins tendance à se déchirer.

Exemple 6

Comme on l'a précédemment indiqué, le dégazage positif de la composition d'enduisage est une particularité

importante de l'invention, et elle est particulièrement importante pour éliminer efficacement le gaz entraîné mais non dissous de la composition lorsque celle-ci doit être appliquée sous forme d'une pellicule adhérente essentiellement continue sur un substrat plat en utilisant un processus d'enduisage en rideau, à la distinction de l'utilisation de processus d'enduisage en rideau pour l'emballage d'objets.

Au cours d'essais comparatifs, on prépare un mélange contenant d'une façon prédominante un mélange d'une cire paraffinique avec un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle, avec une faible quantité d'une résine hydrocarbonée comme additif pour améliorer la souplesse de l'enduit. On utilise cette composition dans un appareil d'enduisage en rideau de Steine mann pour appliquer de minces enduits à un carton ondulé. Au cours de deux essais différents on chauffe la composition d'enduisage à des températures de 132° et de 152°C respectivement avant l'application. On fait circuler la masse fondue chaude dans chaque cas pendant 1 heure avant l'application de l'enduit et pendant l'un ou l'autre de ces essais on n'a pas utilisé l'appareil de dégazage du type "Versator" décrit plus haut pour enlever les gaz entraînés.

Dans le cas de la composition mise en circulation et appliquée à 132°C, la composition d'enduisage présente une viscosité de 720 cps et la composition contenue dans le réservoir d'alimentation de la tête d'enduisage en rideau est écumeuse, de grandes bulles se forment dans le rideau tombant, et les enduits appliqués présentent de nombreuses boursouflures et autres défauts.

A 152°C, les bulles sont fortement réduites dans le rideau tombant, mais le rideau est moins stable à cause de la plus faible viscosité de la composition, et l'enduit est déposé sur le substrat avec une moins grande uniformité.

A titre de comparaison, on applique de nouveau le même mélange au même substrat avec le dispositif d'enduisage en rideau de Steinemann, mais dans ce cas on fait circuler la composition préalablement à travers l'appareil de dégazage du type "Versator", avant d'appliquer l'enduit. La température utilisée est de 132°C. Le rideau formé est essentiellement exempt de bulles et stable, et l'enduit appliqué au substrat est uniforme et exempt de défauts.

Les exemples 7 à 11 illustrent des processus d'enduisage utilisés pour appliquer les enduits à divers substrats sans pré-chauffage du substrat. En raison de l'élimination du préchauffage, une humidification du substrat n'est pas nécessaire. Dans tous les cas, on utilise l'appareil de dégazage "Versator" pour éliminer sensiblement la totalité du gaz entraîné non dissous de la composition d'enduisage en masse fondue chaude.

Exemple 7

On enduit un substrat stratifié comprenant un aluminé stratifié sur du papier pour pochette avec une composition sous forme d'une masse fondue chaude comprenant un mélange d'une cire paraffinique et d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle. La composition présente une viscosité de 52.000 cps à 121°C.

On chauffe la masse fondue chaude à une température de 188°C et on l'applique au moyen d'un appareil d'enduisage en rideau de Steinemann, après dégazage, à une bande

mobile du stratifié de clinquant d'aluminium qui est déplacée à travers le rideau tombant à une vitesse de 240 mètres par minute. On applique la composition d'enduisage au substrat en une quantité de 90 kg pour 3.000 m². L'aspect final de l'enduit est considéré comme étant bon et est relativement exempt de piqûres et défauts analogues.

Exemple 8

On doit enduire un papier fait de fibres de polyéthylène non tissées avec une composition d'enduisage sous forme d'une masse fondue chaude du type dérivant de mélange d'une cire paraffinique et d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle. Ce substrat particulier est une matière thermo-sensible et ainsi on doit éviter si possible de la chauffer préalablement.

On applique au substrat décrit en polyéthylène non tissé un enduit comprenant une quantité prédominante d'une cire paraffinique présentant un point de fusion de 58°C mélangée avec un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle et une faible quantité d'une résine hydrocarbonée pour améliorer le souplesse et le brillant de l'enduit.

Après un dégazage rigoureux de la composition avec l'appareil "Versator", on applique la composition au substrat en polyéthylène avec un dispositif d'enduisage en rideau de "Steinemann". On déplace le substrat à travers le rideau tombant à une vitesse de 120 mètres par minute. La température de la masse fondue chaude est de 145°C et elle présente une viscosité de 2.600 centipoises. On applique l'enduit à une épaisseur suffisante pour obtenir 94,57 kg de composition d'enduisage pour 3.000 m² de substrat. Les propriétés de barrage empêchant la transmission de l'humidité

dité de substrat enduit, comme déterminé par l'essai suivant la norme TAPPI T462-49 (Intitulée Taux de transmission de la vapeur d'eau), exprimées en grammes d'eau transmis à travers le substrat enduit sur 645 cm² de surface pendant 24 heures et dans une atmosphère ayant une humidité relative de 95 % et à une température de 38°C, sont très faibles. La transmission de vapeur à travers le substrat plat en fonction de cette unité de mesure est de 0,57 et à travers le substrat plié elle est de 0,85.

Exemple 9

On enduit un carton ondulé du type utilisé pour fabriquer des boîtes pour transporter de la volaille congelée avec une composition d'une cire et d'un copolymère du type général précédemment décrit. On chauffe la composition d'enduisage jusqu'à une température de 135°C (viscosité de 500 cps.) et on déplace une série d'ébauches utilisées pour former les boîtes à volaille sur les transporteurs à rouleaux à travers le rideau tombant à une vitesse de 150 m par minute. L'épaisseur de l'enduit appliqué aux ébauches en carton ondulé correspond à 27 kg pour 1.000 m². Les enduits sont lisses et d'aspect uniforme et relativement exempts de piqûres ou autres défauts visibles.

Exemple 10

On enduit une bande de cellulose régénérée connue et vendue sous le nom de "Cellophane" déplacée à une vitesse de 82,5 m par minute, en utilisant un dispositif d'enduisage en rideau de Steinemann avec une composition sous forme d'une masse fondue chaude, comprenant :

30 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle contenant de 20 à 30 % en poids environ

d'acétate de vinyle et ayant un indice à l'état fondu de 10 à 20 environ,

70 % en poids de cire paraffinique (point de fusion de 52 à 53°C).

On applique la composition sous forme d'une masse fondue chaude au substrat en "Collophane" à une température de 124°C (viscosité de 1.260 cps) à un taux qui permet d'appliquer 172,48 kgs de la composition sur 3.000 m² de substrat. L'enduit appliqué à la "Collophane" de cette façon est exempt de défauts et présente un aspect brillant.

Exemple 11

On fait avancer à travers un rideau tombant un carton blanchi de 94 kgs du type utilisé pour fabriquer des sacs géoblets pour contenir un fromage blanc, de la même manière, des ingrédients pour sandwich, etc. sous la forme d'une bande à une vitesse de 147 mètres par minute. La composition d'enduisage utilisée est la même que celle qui a été utilisée dans l'exemple 8 ci-dessus. La température de la composition d'enduisage est de 149°C et la composition est déposée sur la surface du substrat selon une quantité équivalente à 85,59 kg pour 3.000 m². On obtient des enduits adhésifs sur cette matière relativement épaisse sans utilisation de pré-chauffage.

Exemple 12

On soumet du papier cristal opaque de 13,6 kgs qui a été imprimé et verni d'un côté par le façonneur à un enduisage du côté opposé par le procédé de la présente invention. La composition d'enduisage comprend un mélange d'une cire et d'un copolymère appliqué avec une machine d'enduisage en rideau de Steinemann à une bande du substrat

704,537

- 31 -

se déplaçant à une vitesse de 330 mètres par minute. La composition présente une viscosité de 8.000 cps à 121°C et est appliquée à une température de 163°C sans préchauffage du substrat. On applique la composition à une épaisseur équivalente à 43,12 kgs de la composition pour 3.000 m² du papier.

L'enduit obtenu sur le papier cristal dans ces conditions est lisse et exempt de bulles, de piqûres et de boursoufflures. Le taux de transmission de la vapeur d'eau, comme défini ci-dessus, est de 0,21 dans le cas du substrat plat et de 0,23 dans le cas du substrat plié.

En plus des substrats du type décrit dans les exemples ci-dessus, on a obtenu d'excellents enduits en utilisant des masses fondues chaudes et visqueuses du type décrit plus haut et comprenant des mélanges d'une cire paraffinique et/ou microcristalline avec des copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle sur d'autres substrats comme du contreplaqué, du papier au sulfite, en ajoutant de l'argile à l'enduit pour rendre le papier opaque, du carton bristol 6 points et diverses autres matières de substrat. En général, le demandeur a trouvé que le processus de dégazage décrit dans la présente demande et constituant une particularité remarquable de la présente invention est particulièrement important et avantageux lorsque la viscosité de la matière d'enduisage est d'au moins 300 centipoises à une température allant jusqu'à 149°C. Avec des enduits visqueux de ce type, il est important de soumettre la composition d'enduisage à la technique de rectification sous vide décrite pour éliminer le gaz entraîné.

On peut voir d'après la description détaillée et

les exemples donnés ci-dessus que le procédé de la présente invention peut être utilisé le plus avantageusement pour enduire les deux côtés d'une feuille d'une matière relativement poreuse avec diverses compositions sous forme de masses fondues chaudes pour former un enduit continuellement adhérent. Toutefois, certaines des indications données plus haut ne sont pas nécessairement limitées à de telles applications. Par exemple, jusqu'ici, il a été très difficile d'obtenir des enduits adhérent d'une façon satisfaisante d'une composition d'une cire et d'un copolymère du type décrit sur divers substrats ayant une surface relativement lisse et sensiblement non poreuse. Ces substrats comprennent par exemple les divers métaux, de nombreuses matières plastiques (thermo-plastiques ou thermo-durcissables) du caoutchouc dur, des papiers lisses et denses comme le papier cristal, etc. La demanderesse a trouvé maintenant que si les substrats non poreux sont préalablement chauffés d'une façon appropriée puis enduits en rideau tout en les maintenant à l'état chauffé, les mélanges de cires et de copolymères ainsi appliqués adhèrent à la surface du substrat avec une ténacité très améliorée.

D'après la description ci-dessus de la présente invention, on voit que le procédé proposé offre certains avantages et certaines améliorations par rapport au procédé d'enduisage qui ont été utilisés jusqu'ici, en particulier les procédés utilisés pour appliquer un enduit adhérent sensiblement continu exempt de défauts à la ou aux surfaces de la matière fibreuse du type décrit, l'enduit étant appliqué d'une façon sensiblement parallèle à la surface. L'appareil utilisé est de construction simple et économique

et est caractérisé par une longue durée en service sans ennui.

Comme précédemment expliqué, les différentes variables dont il faut tenir compte pour la détermination précise de la température à laquelle une matière particulière peut ou doit être préalablement chauffée, et du degré d'humidification qui est souhaitable, rendent une définition précise de ces paramètres impossible dans la description générale de l'invention.

Naturellement, l'invention n'est pas limitée aux formes de réalisation décrites et représentées et est susceptible de recevoir diverses variantes rentrant dans le cadre et l'esprit de l'invention.

RESUME

A. Procédé pour enduire une surface d'une feuille de matière avec une composition sous forme d'une masse fondue chaude, caractérisé par les points suivants, séparément ou en combinaisons :

1. Il consiste à faire fondre la composition sous forme d'une masse fondue chaude, à enlever sensiblement la totalité des gaz entraînés et dissous de la composition fondue et à déposer sur la surface de la feuille de matière, d'une façon sensiblement parallèle à la dite surface et en contact sensiblement continu avec elle, un enduit en forme d'une membrane de la composition fondue sous la forme d'une masse fondue chaude dégazée.

2. L'élimination des gaz entraînés non dissous est effectuée en étalant la composition sous forme d'une masse fondue chaude en une mince couche agitée et en soumettant simultanément la mince couche agitée à une recti-

sification sous vide.

3. On chauffe la feuille de matière avant de déposer sur la feuille la composition sous forme d'une masse fondue chaude dégazée.

4. La composition sous forme d'une masse fondue chaude présente une viscosité d'au moins 300 cps à une température allant jusqu'à 149°C.

5. La feuille de matière est non poreuse.

6. La feuille de matière est une matière poreuse présentant des caractéristiques de porosité analogues à celles du papier.

7. La composition sous forme d'une masse fondue comprend un mélange de 80 à 30 parties d'une cire dérivant du pétrole choisie parmi une cire paraffinique, une cire microcristalline et des mélanges de celle-ci, et d'une façon correspondante de 20 à 70 parties d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle présentant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 10 et 40 % en poids et un indice à l'état fondu de 3 à 300 environ.

8. Ledit procédé consiste à faire fondre la composition sous forme d'une masse fondue chaude, à dégazer sensiblement ladite composition fondue, à chauffer la feuille de matière, et à déposer à peu près immédiatement sur la surface de cette feuille de matière un enduit sous forme d'une membrane de la composition sous forme d'une masse fondue chaude sensiblement dégazée.

9. La feuille de matière est non poreuse.

10. Pour enduire les deux surfaces d'une feuille de matière avec une composition sous forme d'une masse fondue chaude, ledit procédé consiste à faire fondre la compo-

sition sous forme d'une masse fondue chaude, à dégazer sensiblement la composition fondue, à déposer sur une surface de la feuille un enduit sous forme d'une membrane de la composition fondue sensiblement dégazée, à chauffer la feuille enduite et à enduire ensuite le côté non enduit de la feuille de la même façon que le premier côté.

11. On fait passer la feuille chauffée à travers un rideau tombant de la composition sous forme d'une masse fondue sensiblement dégazée.

12. Le copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle présente une teneur en acétate de vinyle comprise entre 10 et 20 % en poids.

13. On effectue le chauffage dans une atmosphère humidifiée.

14. L'enduit formé sur le second côté de la feuille est sous forme d'une pellicule continuellement adhérente.

15. La feuille de matière est un substrat en papier.

B. Appareil pour appliquer un enduit d'une composition sous forme d'une masse fondue chaude à une feuille de matière fibreuse, par exemple du papier ou matière analogue, caractérisé par les points suivants, séparément ou en combinaisons :

1. Il comprend un dispositif de chauffage pour chauffer la composition sous forme d'une masse fondue chaude, un moyen pour former un rideau fondu tombant de ladite composition, un récipient récepteur disposé au-dessous du moyen formant le rideau pour recevoir le liquide tombant du rideau, une conduite reliée entre le moyen formant le

rideau et le récipient récepteur de liquide pour distribuer le liquide du récipient au moyen formant le rideau, un moyen de dégazage dans la conduite pour dégazer le liquide avant son admission dans le moyen formant le rideau et un dispositif transporteur s'étendant vers et au-delà du rideau tombant formé par le moyen formant le rideau pour déplacer la feuille de matière A travers le rideau tombant.

2. Le moyen de dégazage comprend un moyen pour étaler le liquide sous forme d'une mince pellicule agitée et un moyen pour rectifier sous vide la mince pellicule agitée pour en enlever les gaz entraînés non dissous.

3. Le moyen pour étaler le liquide sous forme d'une mince pellicule agitée comprend une cuvette centrifuge tournant rapidement, présentant une surface inférieure, et un moyen pour répartir le liquide sur la surface inférieure de la cuvette centrifuge.

4. Le moyen destiné à rectifier sous vide la mince pellicule agitée comprend une chambre fermée entourant la cuvette centrifuge et un moyen pour mettre la chambre sous vide.

APPROUVÉ :
le mot ajouté

Bruxelles, le 26 septembre 1967
P. Hon. : Société dite : COMMERCE OIL
COMPANY

Forgeron

KINGDOM OF BELGIUM 704 297

No. 704 297

[Belgian Coat of Arms]

[illegible
stamp]

5

MINISTRY OF ECONOMIC AFFAIRS

IMPROVEMENT PATENT

The Ministry of Economic Affairs

10 *Pursuant to the law of 24 May 1854 on patents,*
and especially its Art. 14 and 15;

Pursuant to the report drawn up on 26 September
1967 at 14 h 50

15 *at the Industrial Property Department;*

DECREE:

Article 1: - *There is granted to the company*
known as: CONTINENTAL OIL COMPANY, 1000 South Pine
20 Street, Ponca City, State of Oklahoma (United States of
America).

represented by Mr P.Hanssens in Brussels,

an improvement patent for: Process and
25 apparatus for coating sheets of solid materials,
patented in its favor on 10 March 1965 under No. 660

signed by the Minister of Economic Affairs on 11 April 1967

20 April 1966 and granted on 11 September 1967 under
No. 90 125.

The invention has also formed the object of a patent
application, not yet granted to date, filed in the
5 United States of America on 13 September 1965, No. 486
787.

Article 2. *This patent is granted to it without
preliminary examination, at its risks and perils,
10 without guarantee either of the reality, of the novelty
or of the merit of the invention or of the accuracy of
the description and without prejudice to the rights of
third parties.*

*To the present decree will remain appended one
15 of the copies of the specification of the invention
(description and possibly drawings) signed by the
concerned party and filed in support of its patent
application.*

Brussels, 31 October 1967

20

BY SPECIAL AUTHORITY

~~The Chief Executive Officer,~~

[illegible signature]

No. 0740

0741

0742

CS

5

US. 486 787

FIRST IMPORTATION IMPROVEMENT PATENT

10 "Process and apparatus for coating sheets of solid
materials"

Company known as : CONTINENTAL OIL COMPANY

15 Main importation patent filed in Belgium on : 10 March
1965 and granted under No. 660 885

FIRST IMPORTATION IMPROVEMENT PATENT based on the first
French certificate of addition No. 90.125 filed on 20
April 1966 and granted on 11 September 1967 on behalf
20 of the APPLICANT COMPANY. A corresponding application
~~was filed in the United States of America on 13~~
September 1965 under No. 486 787.

25 The present invention relates to a process and
apparatus for producing a coating in the form of a
narrower limits, the present invention relates to a

process and an apparatus for improving the dimensional uniformity, appearance and continuity of thin coatings of hot materials in the molten state when these materials are applied in the liquid form to sheets of substrate-forming solid material. Mention may be made, as examples of these substrate-forming materials, of milk cartons, boxes for frozen foods, various kraft, sulfite and crystal papers, paper and metal foil laminates, sheets of synthetic resin and plywood.

When they are applied to the coating of certain solid materials used as substrate with hot viscous liquids, such as a molten wax, molten synthetic resins and mixtures of waxes with synthetic resins (generally known as hot molten masses), most of the coating processes currently used are characterized to varying extents by a number of disadvantages. Mention may be made, among these disadvantages, of a loss or a not very economical use of the coating material, a decrease in the flexibility of the substrate following the coating and the unsuitability of the coating technique for successfully applying a continuous and smooth coating which is devoid of crazing, pitting and blistering.

Several of these disadvantages have been particularly characteristic of the so-called "curtain" process in which the material is passed through a liquid medium, so that the latter reaches the expected surface

of the material and is deposited thereon in the form of a thin and relatively uniform film. The excess coating material which does not deposit on the material is collected in a suitable receiving container and is
5 recycled to the starting point of the descending curtain in order to be reused. In many cases, after having coated the substrate, it is cooled by immersion in cold water or by another appropriate means, in order to harden the coating and to confer a glossy appearance
10 on it, and is subsequently dried.

In the main patent, the Applicant Company disclosed a process and an apparatus which can be used to improve the coating formed on a solid substrate on applying a hot molten composition to the substrate. The
15 improvement obtained lies mainly in the decrease in the amount of the coating composition necessary to obtain the desired defect-free uniform coating and in the removal of the defects, such as holes, bubbles or blisters, from the coating. The process disclosed in
20 the main patent is applicable in particular to coatings applied by the curtain coating process and generally comprises an initial heating of the material of the substrate to be coated to a temperature sufficient to allow a uniform and smooth layer of the desired coating
25 composition to be deposited on the material and then
material.

The Applicant Company has now surprisingly discovered that, in contrast to its previous assumption, it is pointless to heat beforehand numerous types of solid substrate before applying thereto the preferred viscous coating compositions, comprising a wax and a synthetic resin, in order to obtain satisfactory coatings relatively devoid of defects. Although a preliminary heating of the substrate is still an advantageous and generally desirable stage of the process in the case of most types of materials forming the substrates, the Applicant Company has found that, in the case of numerous types of materials, the coating obtained is nearly as good without a prior heating stage as when the substrate is initially prepared by a preliminary heating, as disclosed in the main patent.

In the case of a few heat-sensitive substrate materials, very little or no prior heating may be accepted. In contrast, according to the experience of the Applicant Company, dense and relatively nonporous materials, ~~such as a cylinder board forming a milk carton and analogous materials,~~ require a prior heating in order to allow a uniform and defect-free coating to be deposited thereon.

The fact of being able to dispense with the preliminary heating of the substrate disclosed in the main patent results in a coating of lower or unacceptable quality, as has been

determined by the Applicant Company, makes it possible to achieve an important aim of the invention, that is to say an additional decrease in the cost of the application of a smooth, uniform and defect-free
5 coating to various types of substrates.

In addition, the present invention intends:

- to generally improve the coatings which can be applied to various substrate materials when the latter pass through a falling curtain of the coating
10 composition;

- to provide a process and an apparatus for applying a smooth and uniform film of a viscous coating composition comprising a wax strengthened by a thermoplastic resin to one or other side or to both
15 sides of a sheet of fibrous material;

- to improve the appearance of the coatings comprising a wax and a resin on flat fibrous materials by improving the dimensional uniformity and continuity of these coatings;

20 - to improve the flexibility of a fibrous material which has been coated with a hot coating composition comprising a wax or a copolymer of a wax and which has been subjected to a drying medium during the subsequent hardening of the coating;

25 - to improve the rate at which a flat paper can be coated with the above compositions having a highly composition;

- to improve the continuous adhesion of the coating compositions to fibrous materials to which they are applied.

The aims shown, and others of the present invention, are achieved by using a coating process which generally consists in removing substantially all entrained and undissolved air or other gas from a composition in the form of a hot molten mass which has to be applied to a solid substrate in the form of a thin coating and in then applying the composition in the form of a hot molten mass in the state substantially devoid of gas to one side of the material. The coating is applied to the substrate in the form of a thin film deposited substantially parallel to the surface to be coated and substantially in continuous contact with it. In the case of the majority of the materials, the material is preferably heated beforehand before the application of the composition in the form of a hot molten mass substantially devoid of gas but, with numerous types of materials, ~~a satisfactory coating can be obtained for~~ virtually any application without such a prior heating. For reasons which are not fully understood, if such a prior heating is not carried out, it is difficult in the case of numerous thick papers to apply uniform ~~coatings~~ using mixtures resinous copolymers.

The preferred preheating treatment of the various substrates varies with regard to its usefulness and with regard to the degree to which it improves the coatings applied to the materials. In the case of some materials, it is desirable not only to heat the material beforehand before the application of a first coating but it is also highly desirable to heat the material beforehand before the deposition of the second coating on the opposite side of the material with respect to that which exhibits the first coating. With materials of this type, the second heating makes it possible to obtain a much better adhesion and a more uniform thickness of the coating which is applied to the second side of the material. In the case of other types of materials, in particular relatively thick materials, a single prior heating before the application of the first coating is sufficient if the second coating is applied immediately after the application of the first coating.

20 The degassing of the coating composition before ~~its application to a substrate is regarded as being an~~ important feature of the invention, given that the imprisoned gas significantly reduces the thickness of the coating at the location of the gas bubbles and results in the formation of holes in the coating. An
25 the quality of the coatings in the products which are wrapped in the coated product.

many cases, the protective coating has to constitute an effective barrier to the transfer of gases. When bubbles are found in the coating, they reduce its thickness and the properties of a barrier preventing the passage of vapor of a coating are a direct function of the thickness of the coating. Consequently, the entrainment of a gas which is reflected by the formation of bubbles, of hollows or of holes is harmful to the properties of a barrier preventing the passage of vapor of the coating. The entrainment of gas is a significant problem in particular when very viscous coating compositions are used, such as mixtures of a paraffin and/or microcrystalline wax with compatible synthetic resins. Substantially all the undissolved entrained gas is removed from the coating composition by the vacuum centrifugal rectification process preferably used in the present invention and described hereinbelow. The Applicant Company has found that much thinner coatings with fewer defects of very viscous compositions can be deposited by using this process than those which can be obtained when a less efficient or no degassing of the composition is carried out before applying it to the substrate. Thus, the efficient degassing according to the present invention makes it possible to achieve a significant saving in the thickness of the coating. In addition, when very viscous coating compositions have

to be applied at appreciably low temperatures, because of the heat-sensitive nature of the substrate, the degassing as carried out in the present invention makes it possible to use these viscous compositions for certain coating applications in which it was not possible to use them hitherto.

With numerous types of fibrous materials, a preheating of the materials has the disadvantage of reducing the flexibility of the material as a result of dehydration or a significant decrease in its moisture content. Even without having recourse to preheating, the fact of bringing the material into contact with the hot coating composition has a tendency to remove moisture from the material. Thus, in general, the higher the temperature to which the material is heated beforehand, the more significant the problem posed by the decrease in the moisture and the more pronounced the decrease in the flexibility of the material. In any case in which the flexibility of the coated material constitutes a significant characteristic, it is consequently preferable to dispense with the prior heating, if it is possible to obtain satisfactory coatings without such a preheating. On the other hand, when a preheating is highly desirable or necessary, the present invention envisages humidifying the atmosphere content and a reduction in the flexibility.

The apparatus with which an embodiment of the present invention is implemented comprises a curtain-coating device which can be of a conventional type and which operates to provide a film or a curtain delivered
5 downward or falling film or curtain of the coating composition; a conveyor or a means for moving the material through the falling curtain of the coating composition; a pipe for collecting and recycling to the curtain-coating device the excess coating composition
10 which is not deposited on the material to be coated, and any extra coating composition or coating composition added afterward which can be added to the plant; and a means used in combination with the pipe for removing the undissolved and entrained gases from
15 the coating composition during its recycling to the curtain-coating device. An important feature of a preferred embodiment of the apparatus used for the implementation of the invention is the specific type of apparatus or of device which is preferably used to
20 remove or extract the undissolved entrained gases from the coating composition. ~~The degassing apparatus~~
comprises a means for spreading the coating composition in the form of a thin film while agitating it and a means for applying, to the agitated thin film, a
25 pressure of less than atmospheric pressure or a vacuum,

It is also desirable to incorporate, in the apparatus used for the implementation of the invention, a humidifying means for adding a sufficient amount of moisture to the material to be coated in order to prevent excessive dehydration of the material and to avoid the fibers being rendered brittle in the case where the material is preheated before the application of the coating. Another advantageous component which is preferably provided in the apparatus is an additional heating means for reheating or further heating the material before the application of the coating composition to its second side. The plant also comprises the usual and conventional additional equipment which is used in combination with existing curtain-coating machines for maturing the coatings applied to the material, such as a water bath, a waterfall, cold air or a cold surface, in order to cool the coated material, and an appropriate device for removing the excess water from these surfaces in the case where the coated material is brought into contact with water for cooling purposes. Other advantages and characteristics of the invention will emerge from the description which will follow given with regard to the appended drawing, in which:

Figure 1 is a flow diagram which shows the path of the material through the apparatus used

for the flow of the coating composition which is used for the implementation of the invention;

Figure 2 is a rather diagrammatic cross section of a degassing apparatus of a preferred type used in
5 the implementation of the process of the invention.

At the beginning of the process of the invention, the material to be coated can usually be optionally subjected to a preheating by an appropriate heating device 10. The latter can be an oven at a
10 constant temperature with a forced air stream which is sufficiently large to comprise materials of any size which it may be desired to coat, but it is not limited to such an oven. Heated rollers or infrared radiation heating elements can also be used. The period of time
15 during which the material is preferably heated and the temperature to which it is heated depend on the type or on the composition of the material to be coated, on the specific coating composition which has to be applied thereto and, to a certain extent, on the thickness of
20 the material.

~~In the case of a coating of substrates which~~
are made of fibrous material, such as "kraft", sulfite and crystal paper, boards, and the like, the preheating technique, when it is used, with the application of the
25 hot coating composition and the subsequent drying of
~~the material tends to have a tendency to greatly~~
resulting in a decrease in its flexibility and

rendering it rather brittle. Consequently, it is desirable only to heat the material beforehand when this is necessary in order to obtain a finished coating having the desired quality and the desired thinness. It
5 proved to be the case that generally the flexibility of the material is affected in a more harmful way by high temperatures than by an increase in the duration of the heating period. To avoid these losses in moisture, the present invention provides for the provision, jointly
10 with the heating device 10 provided for initially preheating the material, of an appropriate humidifying device 12 which, in its simplest form, can consist simply of a water container which is placed in an oven. During the heating of the material, the moisture or the
15 water vapor provided by the humidifying device 12 has a tendency to compensate for the amount of moisture from the material which would otherwise be lost by the simultaneous or subsequent heating.

From the heating device 10, the material is
20 transported by the conveyor 14, which is represented
~~diagrammatically in the drawing, under a row of~~
infrared radiation heating elements 15 to a curtain-coating device of a conventional type, such as a Steinemann curtain coater, represented by the reference
25 number 16. The row of the infrared radiation heating

elements 15 is arranged in an appropriate way above

complementary heating of certain types of materials in the way described below.

The curtain-coating device 16, as described above, provides a descending curtain of the coating composition which moves in a vertical plane substantially perpendicular to the plane in which the material to be coated moves. The curtain of coating material usually has a greater width in the transverse direction than the material which has to pass through it, so that a portion of the coating composition passes wide of the material and falls into a collecting container or a receiver (not represented). In a preferred embodiment of the invention, the excess coating composition which is collected in the receiving container flows by gravity into an intermediate tank 17. The level of the liquid of the coating composition present in the intermediate tank 17 can be adjusted by an appropriate device for regulating the level of the liquid, which can comprise a control valve 18. The control valve 18 is positioned in a pipe 19 which is used to transport the coating composition from the intermediate tank to a degassing device 20.

The degassing device 20 can be any appropriate type of apparatus for degassing a liquid but it is preferably a vacuum centrifuge unit such as that sold by the General Electric Company under the name "Versator". The construction and the operation of the "Versator" vacuum

centrifuge device are well known to experts but it has been represented in a fairly diagrammatic fashion in Figure 2, in order to make possible a better understanding of the way in which the degassing is preferably carried out in the implementation of the present invention.

The degassing device 20 as represented in Figure 2 comprises a figured tank or chamber 21 which is connected via a pipe 22 to a vacuum unit 23. The vacuum unit 23 thus applies a vacuum to the chamber 21 in order to reduce the pressure therein well below atmospheric pressure. The pipe 19 enters the chamber 21 and comes to an end at the center of this chamber in the form of a flared diffusing ring or disk 24 which distributes the coating composition over a large area below the diffusing ring. A controlled rotary shaft 25 enters the chamber 21 and extends through an appropriate bearing situated in the wall of the chamber 21 and carries, at its end situated inside the chamber, a centrifuge bowl 26. The latter has a bottom with a concave shape which is curved back over itself along its peripherally external edges to form a lid and a bottom for the bowl which are integral. As the hot coating composition is being spread towards the outside from the diffusing ring 24, it is deposited on the bowl 26 which is rotated at a speed such that the coating is thus spread in the form of an agitated thin film which

is subjected to the vacuum generated in the tank 21. As the composition is being displaced towards the outside on the centrifuge bowl 26 by the centrifugal force, it accumulates in the angle formed by the folded back part
5 forming the lid of the centrifuge bowl. The accumulation of the coating composition at this angle makes it possible to remove it from the degassing device 20 under the action of the centrifugal force.

Thus, by passing a pipe 27 through the wall of
10 the chamber 21 and into the angle of the external periphery of the centrifuge bowl 26, the accumulated coating composition is discharged under the influence of the centrifugal force into the main tank 28 reserved for the hot molten mass. It is simply a heated tank for
15 the coating composition, which is used to maintain the composition at the desired temperature before recycling it to the curtain-coating devices. The hot coating composition is supplied from the tank 28 to the coating devices by means of pumps 29.

20 Since it is very often desirable to coat the ~~second side of the sheet of fibrous material with the~~ coating composition, as well as its first side, a second curtain-coating device 30 can be provided and it can be connected to the first coating device 16 by
25 means of a conveyor 32. In some cases, it is desirable ~~to provide a second coating device 30 and a conveyor 32 for the material after the~~ application of the second coating. For this purpose, a

second row of infrared radiation heating elements 31 is inserted between the first curtain-coating device 16 and the second curtain-coating device 30. An appropriate oven can also be used to provide the
5 necessary additional heating. Given that it is obviously necessary to turn over the material on the conveyor 32 before it passes under the second row 34 of infrared radiation heating elements and before it enters the second curtain-coating device 30, an
10 appropriate means (not represented) is provided for turning over the material or for bringing about this reversal. Although it is possible to carry it out manually, an appropriate mechanical means of any type can be used for carrying out the reversal of the
15 material.

In the second curtain-coating device 30, the material again passes through a falling film or curtain of the coating composition and receives, on its second side, a uniform thin layer or coating of a gas-free
20 coating material. From the second curtain-coating device 30, ~~the material, which is now coated on both~~ sides, can pass through a cooling device 36 in order to cool the material and in order to fix or harden the coating composition. If the cooling device is a water
25 bath, the material passes through an appropriate drying

invention have been described generally, given that it

is not possible to set precise limits with regard to the extent to which the materials can be heated beforehand and with regard to the amount of moisture which is advantageously supplied to the material by the use of the humidifying device 12, when a preheating is used in the process of the invention. A number of variables have to be taken into account in determining the best preheating temperature to be used in any given case and these variables determine whether heating has or has not to be used in the case of each material. For example, the affinity of a specific material for the coating composition which has to be used, the geometric dimensions of the material to be coated, the viscosity and the chemical composition of the coating which can be used, the porosity and the density of the material or substrate used and the final application which is envisaged for the coated material constitute variables which have to be taken into account in determining whether preheating of the material is or is not necessary and, if preheating is carried out, the temperature at which the preheating is carried out. It may be generally established, when preheating is used for the purpose of preventing the accumulation of gases in the sheet of substrate or on its surface, so as to prevent the formation of bubbles, holes and blisters in the coating, that the preheating is such that the coating in the form of a hot molten mass is applied

or at least to an extent such that, if an additional expansion of the entrained gas takes place, this expansion does not burst or does not otherwise significantly affect the characteristics of uniformity
5 of the coating.

When preheating is used to improve the bonding between the substrate and the coating, the degree of preheating is such that the warmth of the surface of the material to be coated is sufficient to compel the
10 coating to remain [illegible] for a longer time and thus to promote faster and stronger anchoring of the substrate to an extent necessary to satisfy the conditions of the final application envisaged for the coated material.

15 In some cases, it is desirable to heat the material beforehand, before depositing the coating composition on each of its sides, to a temperature which is close to or even exceeds the temperature of the hot coating composition to be applied thereto. In
20 the case of numerous types of thicker fibrous

~~materials, these materials can frequently be provided~~
with uniform and smooth coatings without it being necessary to heat the coating beforehand between the application of a coating to its first side and the
25 application of the coating composition to its opposite

~~side.~~
material which is carried out before the application of

the first coating can be more easily lost by radiation and conduction than in the case of thicker and bulkier materials, so that, as a general rule, an additional heating during the intermediate period between the application of the first and second coatings is more desirable in the case of thinner materials than in the case of bulky or thicker materials.

In the case of some materials, the use of an oven at constant temperature, in conjunction with heating by infrared rays, gives the best form of preheating of the material. In this case, which usually relates to thinner or less bulky materials, it seems that the heating by means only of an oven does not supply the necessary heat to the surface of the material, so that good adhesion and good continuity in the coatings applied to the material are not obtained.

The application of the present invention in providing better coatings on various types of substrate-forming materials is illustrated in the following examples. Although it is possible to use

~~other compositions in the form of hot molten masses,~~
the coating composition used is a mixture of a paraffin wax and/or of a microcrystalline wax with a copolymer of ethylene and of vinyl acetate. The copolymer generally comprises from 10 to 40% by weight of vinyl

acetate in the presence of a catalyst which generates

free radicals, for example tert-butyl hydroperoxide, in an appropriate reactor under a pressure of between 1 050 and 2 100 kg/cm² and at a temperature of between 150 and 250°C approximately. The melt index of the copolymers of ethylene and of vinyl acetate which are of use in the mixtures of paraffin waxes used to coat certain substrate-forming fibrous materials is between 1 and 500 approximately, preferably between 3 and 300 approximately. These melt indices are determined by the ASTM D-1238-57T test method and are expressed in grams of the copolymer which can be pushed through a normal orifice in 10 minutes at 190°C by means of a piston weighing 2 160 grams. Compositions formed of copolymers of ethylene and of vinyl acetate and of wax which can be used in the implementation of the present invention are typically those which comprise from 80 to 30 parts of wax and correspondingly from 20 to 70 parts approximately of the copolymer.

Generally, any composition can be used in the form of a hot molten mass in the implementation of the invention provided that, when a curtain coating machine is used to form a falling curtain, the fluid flow characteristics of the composition allow it to be pumped through the coating head at a flow rate sufficient to maintain the curtain. It must be the application of good coatings in the case of coating

compositions in the form of a hot molten mass which exhibits a viscosity of at least 300 cPs at temperatures of at least 149°C. Certain compositions cannot be used for curtain coating processes unless a
5 rigorous degassing of the type disclosed by the present invention is carried out.

It is clearly understood that the expression "composition in the form of a hot mass" used in the present application is defined in the commonly accepted
10 way as comprising a mixture of oil-derived waxes with modifying agents which are compatible with the wax, in which mixture the percentage by weight of the modifying agent present is greater than 10%. Other examples of compositions in the form of hot masses are mixtures of
15 microcrystalline wax and/or paraffin wax with copolymers of ethylene and of ethyl acrylate, with copolymers of ethylene and of isobutyl acrylate, with polyethylene, with polyisobutylene, with ethylcellulose and with copolymers of butadiene and of styrene.

20 The following examples are given by way of illustration but without implied limitation of the invention.

Example 1

A material for a milk carton with a capacity of
25 1.89 liters which is cut out from a cylinder board and

mixture of a wax and of a copolymer comprising:

30% by weight of a copolymer of ethylene and of vinyl acetate comprising from 30 to 35% by weight of vinyl acetate and exhibiting a melt index of between 20 and 30 approximately,

5 35% by weight of paraffin wax (melting point from 52 to 54°C),

30% by weight of microcrystalline wax,

5% by weight of low molecular weight polyethylene,

10 25 parts per million of an oxidation inhibitor.

The material or board is placed in an oven maintained at a constant temperature of 177°C for two minutes before the coating of the first side in a Steinemann curtain-coating apparatus. After the residence time indicated in the oven at constant temperature, the material is moved through the curtain-coating device on an appropriate conveyor and the first side is coated with the indicated coating composition, degassed in the way described above. The material is subsequently coated on its second side or opposite side

20 ~~without applying additional heat before the second~~
coating. The material is subsequently cooled by immersing it in cold water. The material exhibits continuous coatings devoid of holes on both sides with
25 a glossy and pleasing coating on the second side.

side is obtained which is of acceptable quality.

However, when the coating composition is applied to the second side, coatings are obtained which are full of holes, of hollows and of other defects. These defects render the boards or cartons unusable as liquid
5 containers.

Example 2

Use is made of a board for a milk carton with a capacity of 0.95 liter from a cylinder board. This material has a thickness of 0.4625 mm. The coating
10 composition is the same mixture of wax and of copolymer as that used in Example 1. The material is placed in an oven maintained at a constant temperature of 216°C for 45 seconds. After exiting from the oven, the material passes under a row of infrared radiation heating
15 elements positioned at 10 cm above the material, which gives a residence time under the row of approximately half a second. The coating composition is then applied to the first side of the material.

After the coating of the first side of the
20 material, the material is again passed under a row of infrared radiation heating elements positioned 10 cm above the second uncoated surface of the material, with a residence time under the row of approximately half a second. The second side of the material is then coated
25 and the material is cooled by immersing it in cold

coating is obtained on the second side of the material.

In both Examples 1 and 2, a vacuum centrifuge unit of the "Versator" type described above was used to remove the entrained gas from the coating composition. The vacuum generated in the degassing unit is generally
5 sufficient to suck the coating material into the device and the centrifugal force created in the device is sufficient to discharge the degassed material into the tank 28 reserved for the hot molten mass represented in the drawing. The unit was used with success to degas
10 mixtures of a paraffin wax and of a microcrystalline wax with the copolymer described above.

Although the coatings which were deposited on both sides of the material, as described in Examples 1 and 2, are very uniform and devoid of defects, the
15 final material exhibits a certain decrease in its flexibility due to a decrease in its moisture content as a result of the preheating. In order to compensate for the decrease in the moisture content, additional tests are carried out during which the atmosphere
20 present in the oven maintained at a constant temperature used for preheating the material is humidified and the prior heating is carried out at a temperature below that used when humidification is not provided. Examples 3 and 4 illustrate the
25 implementation of the process of the present invention

Example 3

The material used in this test is a board for a milk carton with a capacity of 1.89 liters which is cut out from a cylinder board. The thickness of the material is approximately 0.53 mm. The coating material is applied by using a Steinemann curtain-coating device and it consists of a mixture of a wax and of a copolymer identical to that used in Examples 1 and 2.

The material is placed in an oven at constant temperature with a forced air stream maintained at a temperature of 160°C. The air in the oven is humidified by placing a tub of water in the oven. The temperature of the water is allowed to reach a state of apparent equilibrium. The material remains in the oven for two minutes. Both sides of the material are subsequently coated without reheating it after the application of the coating to its first side. After the application of the coatings, the material is cooled by rapidly immersing it in cold water and then it is dried. The coatings on the material are continuous and devoid of holes and have a glossy and pleasing appearance. When the material is folded both along the folding lines and over the body of the material, it exhibits a better and more acceptable flexibility than the materials which were heated beforehand in nonhumidified air. The board

Example 4

The material used in this example is a board for a 0.95 l milk carton which is cut out from a cylinder board. The thickness of the material is 5 0.4625 mm. The coating material used is the same mixture of a wax and of a copolymer as that used in Examples 1, 2 and 3. The boards are heated beforehand in an oven maintained at a constant temperature of 177°C for 45 seconds. The air in the oven is humidified by 10 placing a tub of water in the oven, as in Example 3. After having coated the first side of the material, the second side is exposed to a row of infrared radiation reheaters for two seconds before coating the second side. After the coating of the second side, the 15 material is cooled by immersing it in cold water and then it is dried. The coatings are continuous and devoid of holes and the second side exhibits a pleasing and glossy coating. When this material is folded both along the folding lines and across its body, it also 20 exhibits better flexibility than the materials heated beforehand in nonhumidified air. The material has less tendency to crack and its surface fibers have less tendency to tear.

Example 5

25 The material used in this example is a board
The thickness of the material is 0.4625 mm. The coating material used comprises the same

mixture of a wax and of a copolymer as that used in Examples 1, 2, 3 and 4. Before the prior heating, the material is lightly coated with a humectant (diethylene glycol) which has been heated to approximately 93°C in order to guarantee penetration. The cartons are subsequently subjected to a preheating stage as described in Example 3 but without humidification. Both sides of the material are subsequently coated without reheating the material after the application of the coating to the first side. After the application of the coating, the material is cooled by rapidly immersing it in cold water and then it is dried. The coatings of the material are continuous and devoid of holes and exhibit a glossy and pleasing appearance. When the material is folded both along the folding lines and across its body, it exhibits a flexibility comparable to that of a material heated beforehand in humidified air. The material has less tendency to crack and its surface fibers have less tendency to tear.

20

Example 6

~~As was indicated above, the positive degassing~~
of the coating composition is an important feature of the invention and it is particularly important in efficiently removing the entrained but undissolved gas from the composition when the latter has to be applied

25

unlike the use of curtain coating processes for the packaging of items.

During comparative trials, a mixture is prepared predominantly comprising a mixture of a paraffin wax with a copolymer of ethylene and of vinyl acetate, with a small amount of a hydrocarbonaceous resin as additive for improving the flexibility of the coating. This composition is used in a Steinemann curtain-coating apparatus to apply thin coatings to a corrugated board. During two different trials, the coating composition is heated to temperatures of 132° and 152°C respectively, before the application. The hot molten mass is circulated in each case for 1 hour before the application of the coating and, during one or other of these trials, use was not made of the degassing apparatus of the "Versator" type described above for removing the entrained gases.

In the case of the composition which is circulated and applied at 132°C, the coating composition exhibits a viscosity of 720 cPs and the composition present in the feed tank for the curtain-coating head is frothy, large bubbles form in the falling curtain and the coatings applied exhibit numerous blisters and other defects.

At 152°C, the bubbles are greatly reduced in the

coating is deposited on the substrate with reduced uniformity.

By way of comparison, the same mixture is again applied to the same substrate with the Steinemann
5 curtain-coating device but, in this case, the composition is circulated beforehand through the degassing apparatus of the "Versator" type before applying the coating. The temperature used is 132°C. The curtain formed is essentially devoid of bubbles and
10 stable, and the coating applied to the substrate is uniform and devoid of defects.

Examples 7 to 11 illustrate coating processes used to apply the coatings to various substrates without preheating the substrate. Because of the
15 withdrawal of the preheating, humidification of the substrate is not necessary. In all cases, the "Versator" degassing apparatus is used to remove substantially all the undissolved entrained gas from the hot molten mass coating composition.

20

Example 7

~~A laminated substrate comprising an aluminum foil laminated to paper for a bag is coated with a composition in the form of a hot molten mass comprising a mixture of a paraffin wax and of a copolymer of~~
25 ethylene and of vinyl acetate. The composition exhibits

of 188 C and is applied, by means of a Steinemann

curtain-coating apparatus, after degassing, to a moving strip of the aluminum foil laminate which is moved through the falling curtain at a rate of 240 meters per minute. The coating composition is applied to the substrate in an amount of 90 kg per 3 000 m². The final appearance of the coating is regarded as being good and is relatively devoid of holes and similar defects.

Example 8

A paper made of nonwoven polyethylene fibers has to be coated with a coating composition in the form of a hot molten mass of the type deriving from mixtures of a paraffin wax and of a copolymer of ethylene and of vinyl acetate. This specific substrate is a heat-sensitive material and thus prior heating thereof should be avoided, if possible.

A coating comprising a predominant amount of a paraffin wax, exhibiting a melting point of 58°C, mixed with a copolymer of ethylene and of vinyl acetate and a small amount of a hydrocarbonaceous resin, for improving the flexibility and the gloss of the coating, is applied to the described substrate made of nonwoven polyethylene.

After rigorous degassing of the composition with the "Versator" apparatus, the composition is applied to the substrate made of polyethylene with a curtain-coating device. The substrate is moved at a rate of 240 meters per minute. The temperature of the hot molten

mass is 143°C and it exhibits a viscosity of 2 600 centipoises. The coating is applied at a sufficient thickness to obtain 94.57 kg of coating composition per 3 000 m² of substrate. The barrier properties preventing
5 the transmission of the coated substrate moisture, as determined by the test according to the TAPPI standard F448m-49 (entitled Degree of transmission of water vapor), expressed in grams of water transmitted through the coated substrate over an area of 645 cm² for 24
10 hours and in an atmosphere having a relative humidity of 95% and at a temperature of 38°C, are very weak. The transmission of vapor through the flat substrate as a function of this measurement unit is 0.57 and, through the folded substrate, it is 0.85.

15 Example 9

A corrugated board of the type used to manufacture boxes for transporting frozen poultry is coated with a composition formed of a wax and of a copolymer of the general type described above. The
20 coating composition is heated to a temperature of 135°C (~~viscosity of 500 cPs~~) and ~~a series of blanks used to~~
form poultry boxes is moved on conveyor belts through the falling curtain at a rate of 150 m per minute. The thickness of the coating applied to the blanks made of
25 corrugated board corresponds to 27 kg per 1 000 m². The
blanks are smooth with a uniform appearance and

Example 10

A strip of regenerated cellulose, known and sold under the name of "Cellophane", moved at a rate of 82.5 m per minute, is coated, using a Steinemann
5 curtain-coating device, with a composition in the form of a hot molten mass comprising:

30% by weight of a copolymer of ethylene and of vinyl acetate comprising from 20 to 30% by weight approximately of vinyl acetate and having a melt index
10 of 10 to 20 approximately,

70% by weight of paraffin wax (melting point of 52 to 53°C).

The composition is applied in the form of a hot molten mass to the "Cellophane" substrate at a
15 temperature of 124°C (viscosity of 1 280 cPs) at a rate which makes possible the application of 172.48 kg of the composition over 3 000 m² of substrate. The coating applied to the "Cellophane" in this way is devoid of defects and exhibits a glossy appearance.

20

Example 11

~~A bleached board weighing 94 kg, of the type~~
used to manufacture [illegible] cups for comprising a soft white cheese, [illegible] cream, sandwich ingredients, and the like, is progressed through a
25 falling curtain in the form of a strip at a rate of 147 m per minute. The coating composition used is the same as in Example 10. The temperature of the coating composition is 145°C and the

composition is distributed over the surface of the substrate according to an amount equivalent to 85.59 kg per 3 000 m². Suitable coatings are obtained on this relatively thick material without using preheating.

5 Example 12

Opaque crystal paper weighing 13.6 kg, which has been printed and glazed on one side by the manufacturer, is subjected to coating on the opposite side by the process of the present invention. The coating composition comprises a mixture of a wax and of a copolymer applied with a Steinemann curtain-coating machine to a strip of the substrate moving at a rate of 330 meters per minute. The composition exhibits a viscosity of 8 000 cPs at 121°C and is applied at a temperature of 163°C without preheating the substrate. The composition is applied with a thickness equivalent to 43.12 kg of the composition per 3 000 m² of the paper.

The coating obtained on the crystal paper under these conditions is smooth and devoid of bubbles, holes and blisters. The degree of transmission of water vapor, as defined above, is 0.21 in the case of the flat substrate and 0.23 in the case of the folded substrate.

25 In addition to substrates of the type described
in (1) and (2), excellent coatings have been
prepared from the following mixtures: (a) p-dichloro-

and/or microcrystalline wax with copolymers of ethylene and of vinyl acetate, on other substrates, such as plywood, sulfite paper, by adding clay to the coating in order to render the paper opaque, 6 point bristol
5 board and various other substrate materials. In general, the Applicant Company has found that the degassing process disclosed in the present application and constituting a noteworthy feature of the present invention is particularly important and advantageous
10 when the viscosity of the coating material is at least 300 centipoises at a temperature ranging up to 149°C. With viscous coatings of this type, it is important to subject the coating composition to the vacuum rectification technique described in order to remove
15 the entrained gas.

It can be seen from the detailed description and examples given above that the process of the present invention can be most advantageously used for coating both sides of a sheet of a relatively porous
20 material with various compositions in the form of hot ~~molten masses in order to form a continuously adherent~~ coating. However, not all the information given above is necessarily restricted to such applications. For example, to date, it has been very difficult to
25 satisfactorily obtain adherent coatings of a composition free of gas and of a thickness of the relatively smooth and substantially nonporous surface.

These substrates comprise, for example, various metals, numerous plastics (thermoplastics or thermosetting plastics), hard rubber, smooth and dense papers, such as crystal paper, and the like. The Applicant Company
5 has now found that, if nonporous substrates are appropriately heated beforehand and then curtain coated while maintaining them in the heated state, the mixtures of waxes and of copolymers thus applied adhere to the surface of the substrate with a greatly improved
10 tenacity.

From the above description of the present invention, it is seen that the process provided offers certain advantages and certain improvements with respect to the coating processes which have been used
15 to date, in particular the processes used to apply a substantially continuous adherent coating which is devoid of defects to the surface or surfaces of the fibrous material of the type described, the coating being applied substantially parallel to the surface.
20 The apparatus used is simple and economic in ~~construction and is characterized by a long service~~
life without disadvantages.

As mentioned above, the different variables which have to be taken into account in the precise
25 determination of the temperature to which a specific material must be heated beforehand and of the

precise definition of these parameters impossible in the general description of the invention.

The invention is naturally not limited to the embodiments described and represented and is capable of
5 taking various alternative forms coming within the scope and the spirit of the invention.

SUMMARY

A. Process for coating a surface of a sheet of material with a composition in the form of a hot molten
10 mass, characterized by the following points, separately or in combinations:

1. It consists in melting the composition in the form of a hot molten mass, in removing
D substantially all the entrained and undissolved + gases
15 from the molten composition and in depositing, on the surface of the sheet of material, substantially parallel to said surface and in substantially continuous contact with it, a coating in the form of a membrane of the molten composition in the form of a
20 degassed hot molten mass.

~~2. The removal of the undissolved entrained~~
gases is carried out by spreading the composition in the form of a hot molten mass in an agitated thin layer and by simultaneously subjecting the agitated thin
25 layer to a vacuum rectification.

of a degassed hot molten mass.

4. The composition in the form of a hot molten mass exhibits a viscosity of at least 300 cPs at a temperature ranging up to 149°C.

5. The sheet of material is nonporous.

5 6. The sheet of material is a porous material exhibiting porosity characteristics similar to those of paper.

7. The composition in the form of a molten mass comprises a mixture of 80 to 30 parts of an oil-derived wax, chosen from a paraffin wax, a microcrystalline wax and mixtures of these, and correspondingly of 20 to 70 parts of a copolymer of ethylene and of vinyl acetate exhibiting a vinyl acetate content of between 10 and 40% by weight and a melt index of 3 to 300 approximately.

10
15

8. Said process consists in melting the composition in the form of a hot molten mass, in substantially degassing said molten composition, in heating the sheet of material and in depositing, almost immediately, on the surface of this sheet of material, ~~a coating in the form of a membrane of the composition~~ in the form of a substantially degassed hot molten mass.

20

9. The sheet of material is nonporous.

25 10. In order to coat both surfaces of a sheet of material with the composition in the form of a hot molten mass, the composition is heated to a temperature ranging up to 149°C, and the sheet of material is heated to a temperature ranging up to 149°C, and the composition is deposited on both surfaces of the sheet of material.

substantially degassing the molten composition, in depositing, on a surface of the sheet, a coating in the form of a membrane of the substantially degassed molten composition, in heating the coated sheet and in subsequently coating the uncoated side of the sheet in the same way as the first side.

11. The heated sheet is passed through a falling curtain of the composition in the form of a substantially degassed molten mass.

12. The copolymer of ethylene and of vinyl acetate exhibits a vinyl acetate content of between 10 and 20% by weight.

13. The heating is carried out in a humidified atmosphere.

14. The coating formed on the second side of the sheet is in the form of a continuously adherent film.

15. The sheet of material is a substrate made of paper.

20 B. Apparatus for applying a coating of a composition in the form of a hot molten mass to a sheet of fibrous material, for example paper or similar material, characterized by the following points, separately or in combinations:

25 1. It comprises a heating device for heating the composition to the form of a hot molten mass, a composition, a receiving container positioned below the

curtain-forming means, for receiving the liquid falling from the curtain, a pipe connected between the curtain-forming means and the liquid receiving container, in order to distribute the liquid from the container to
5 the curtain-forming means, a degassing means in the pipe for degassing the liquid before its entry into the curtain-forming means, and a conveying device extending towards and beyond the falling curtain formed by the curtain-forming means, in order to move the sheet of
10 material through the falling curtain.

2. The degassing means comprises a means for spreading the liquid in the form of an agitated thin film and a means for vacuum rectifying the agitated thin film in order to remove therefrom the undissolved
15 entrained gases.

3. The means for spreading the liquid in the form of an agitated thin film comprises a rapidly rotating centrifuge bowl exhibiting a lower surface and a means for distributing the liquid over the lower
20 surface of the centrifuge bowl.

~~4. The means intended to vacuum rectify the~~
agitated thin film comprises a closed chamber surrounding the centrifuge bowl and a means for placing the chamber under vacuum.

Approved

+

D

Brussels, 26 September 1967

p.p. : Company known as:

CONTINENTAL OIL COMPANY

[illegible signature]

5 ± "dissolved" change to "undissolved"

Company known as: CONTINENTAL OIL COMPANY

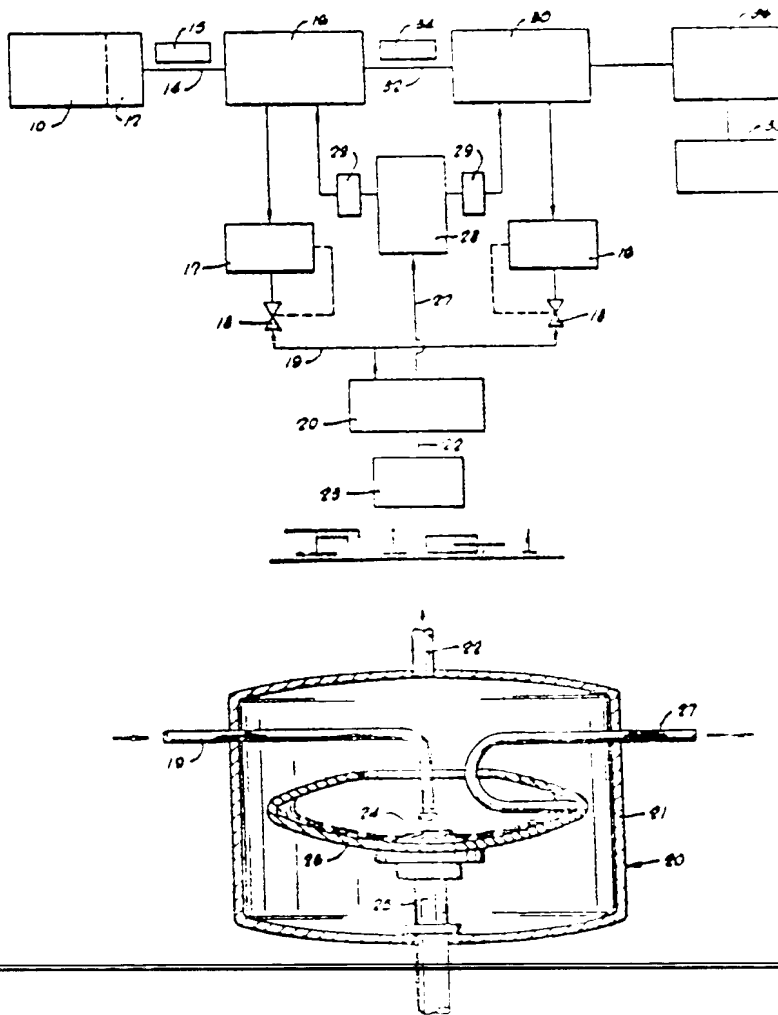


FIG 2

Brussels, 26 September 1967

In witness whereof, signature,

Translator's Report/Comments

Your ref: KILLWORTH-61417

Your order of (date): 9/11/2000

In translating the above text we have noted the following apparent errors/unclear passages which we have corrected or amended:

Page/line*	Comment
General comment	A number of words in this document were illegible because of the poor quality of the copy.
3/-5	"en un" → "un"
8/18	"un cas" → "cas"
10/11	"ces" - might be "ses".
13/-7	The word between "anneau" and "disque" looks like "ou".
15/19	The word after "matière" looks like "ou".
16/15	"ses" - might be "ces".
19/-4 et seq.	"cps" → "cPs"
21/18	"met" → "omet"
21/19	"carton" → "boîte"
21/-8	"autres" → "d'autres"
23/2	"soit" → "soient"
26/6	"à la distinction de" - appears to mean "unlike" and so translated.
28/12	First word could also be "ou" but "et" preferred.
29/2	The "F" could be "P".

Translator's Report/Comments

Your ref: KILLWORTH-61417

Your order of (date): 9/11/2000

In translating the above text we have noted the following apparent errors/unclear passages which we have corrected or amended:

[illegible]

¹ This identification refers to the point, that Paragraph is just the first paragraph in the list of 10 where the 10th is the end part of a paragraph starting on the preceding page. Where the paragraph is stated, the line number relates to the particular paragraph. Where no paragraph is stated, the line number refers to the page margin line number.